

Caractérisation de membranes élastiques

Résumé :

Des études de caractérisation de membranes par indentation sont menées à une échelle micrométrique. A cette échelle, tous les paramètres ne sont pas contrôlables. Afin de vérifier la validité de cette étude, on met en place un dispositif macroscopique permettant le contrôle de tous les paramètres.

Mots clefs : membrane – indentation – élasticité – instabilité mécanique

Laboratoire de Physique
46, Allée d'Italie 69364 Lyon

Maître de stage :
Jean-Christophe Géminard

Mai–Juin–Juillet 2006

Table des matières

Introduction	3
1 Caractérisation de matériaux élastiques	3
1.1 Mesure du module d'Young E du mastic	4
1.2 L'indentation	4
1.3 Résultats	6
2 Membrane sphérique initialement tendue	10
2.1 Présentation	10
2.2 Caractérisation de la membrane par traction uniaxiale	11
2.3 Evolution de la pression en fonction du rayon de courbure de la membrane	12
2.4 Indentation de la membrane	16
3 Instabilités mécaniques	18
3.1 Le flambage	18
3.2 Formation de plis	19
3.3 Résultats	20
Conclusion et Perspectives	21
Références	22

Introduction

Le stage s'est déroulé dans le Laboratoire de Physique de l'ENS Lyon au sein de l'équipe Matière Molle, sous la direction de Jean-Christophe Géminard. Je remercie tous les gens du laboratoire ainsi que les techniciens de l'atelier pour leur accueil et leur disponibilité.

Objectif

L'objectif initial était l'étude d'instabilités mécaniques de membranes en suspension sur un fluide, i.e. la caractérisation de la formation de plis sur une membrane élastique déposée sur un liquide. Cette étude nécessite dans un premier temps la caractérisation de la membrane elle-même. Cette étape constitue la majeure partie du stage, l'observation et la description qualitative des instabilités mécaniques en sont l'aboutissement.

Plan

L'étude effectuée peut être décomposée en trois parties distinctes :

- des expériences de caractérisation de matériaux élastiques :
l'indentation permet la caractérisation de matériaux par l'étude de relations force-déplacement. Dans les essais d'indentation "classiques", l'épaisseur du milieu à caractériser est considérée comme infinie. Mais une membrane, par définition, possède une épaisseur très faible devant ses autres dimensions. Dans cette partie on va donc s'intéresser à l'influence d'une épaisseur finie sur la relation force-déplacement dans une expérience d'indentation. Pour comparer les résultats, on caractérise le même matériau par compression uniaxiale.
- l'étude des caractéristiques mécaniques d'une membrane élastique :
On fait des essais de traction uniaxiale pour extraire les propriétés d'une membrane en latex. La membrane est ensuite encastrée dans un cadre circulaire monté sur un réservoir de liquide (de l'eau). On peut lui appliquer différentes tensions initiales (à plat). Le volume de liquide est maintenu constant pendant les expériences, mais il peut être modifié de manière à donner une courbure à la membrane. On peut connaître le rayon de courbure de la membrane ainsi que la pression à l'intérieur du réservoir, et ainsi trouver l'équivalent de la relation de Laplace dans le cas d'une surface élastique. Ensuite on étudie la relation force-déplacement en appliquant l'indenteur au sommet de la calotte formée par la membrane.
- l'observation d'instabilités mécaniques :
celles-ci ne sont pas observées pour une membrane pré-tendue ou courbée par contrainte : on les obtient en donnant à la membrane une forme hémisphérique sans contrainte, c'est-à-dire en la déformant plastiquement ; l'application d'une force sur la calotte sphérique fait alors apparaître, au-delà d'un seuil à déterminer, des plis à caractériser en fonction des paramètres (taille de l'indenteur appliquant la force, intensité de la force, courbure initiale de la membrane).

1 Caractérisation de matériaux élastiques

Le matériau qui a servi dans les expériences d'indentation a été choisi en fonction de plusieurs contraintes. Il fallait : que sa limite de plasticité soit suffisamment élevée pour nous affranchir des problèmes de déformation plastique ; qu'il soit possible de choisir la forme, ou au moins l'épaisseur de l'échantillon ; et enfin qu'il soit facilement et financièrement accessible.

Le joint silicone d'étanchéité (mastic) répondait assez bien à ces critères, c'est donc sur ce matériau qu'ont été effectués les tests de caractérisation.

1.1 Mesure du module d'Young E du mastic

Avant d'essayer de caractériser le mastic par des expériences d'indentation, on utilise la méthode qui définit rigoureusement le module d'Young : la compression uniaxiale. Ce résultat nous fournira une base de comparaison.

On comprime un cylindre de mastic de rayon $R = 10\text{mm}$ et de hauteur $L = 9\text{mm}$. On obtient ainsi directement le module élastique de ce matériau : il est donné par la pente de la droite "contrainte en fonction du déplacement relatif" : $\frac{F}{S} = E \frac{\Delta L}{L}$ (Fig. 1).

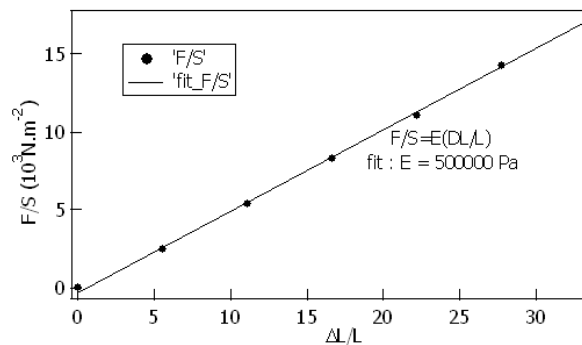


FIG. 1 – Résultat de l'essai de compression

On trouve que le module élastique vaut : $E \approx 5 \times 10^5 \text{ Pa}$. C'est cette valeur qui pourra nous servir à commenter les résultats obtenus ultérieurement.

1.2 L'indentation

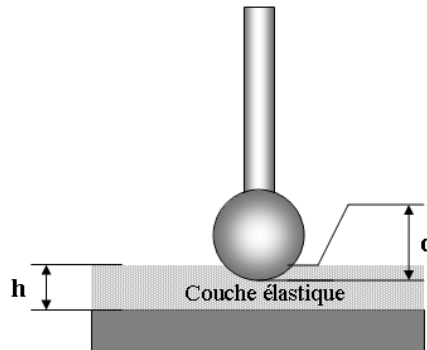


FIG. 2 – Schema de l'indentation

Les techniques d'indentation, largement utilisées dans l'ingénierie, consistent à enregistrer la force appliquée à la surface d'un matériau en fonction du déplacement imposé à l'indenteur. Le comportement des matériaux lors d'indentation est très bien décrit tant que l'épaisseur du matériau est grande devant la taille de l'indenteur. Néanmoins, depuis une vingtaine d'années, l'émergence de nouveaux matériaux très fins a engendré le développement de la nano-indentation. La recherche dans ce domaine est donc d'actualité [1] [2] [3].

Dans notre cas, le matériau testé, du mastic silicone, permet des déplacements millimétriques. L'indentation de matériaux "mous" présentant moins d'intérêts industriels que pour les métaux et alliages, la littérature correspondante est moins fournie.

La forme de l'indenteur diffère selon la méthode utilisée (pyramidale, conique, sphérique, etc). Pour notre étude, les indenteurs sont des billes d'acier de différents rayons : $R = 1, 3$ et 5 mm (Fig. 3). Les essais ont été faits sur quatre épaisseurs différentes : $h = 2, 3, 4$ et 5 mm .

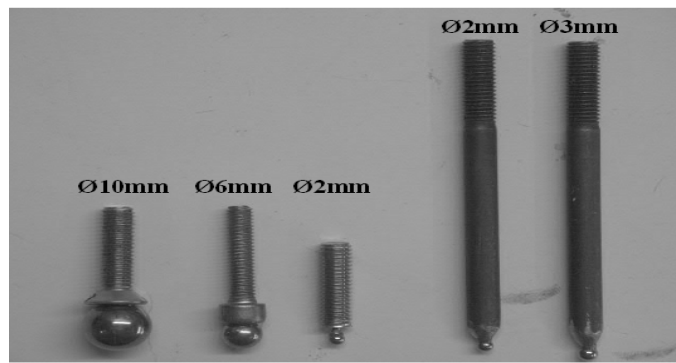


FIG. 3 – Les différents indenteurs sphériques

L'appareillage expérimental de base est relativement simple : il s'agit d'un capteur de force monté sur un support à vis micrométrique, lui-même monté sur un banc optique fixé verticalement sur un mur (Fig. 4).

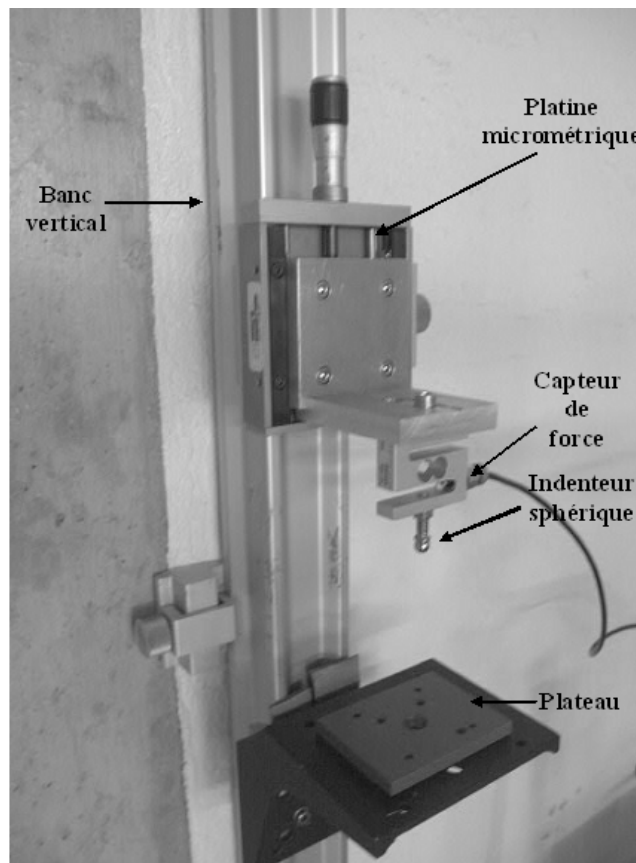


FIG. 4 – Montage de base

- le banc optique assure l'alignement des différentes pièces du montage
- l'indenteur sphérique vient appuyer sur le matériau à étudier ; des billes de différents rayons sont utilisées
- le capteur de force qui tient l'indenteur est monté sur une platine micrométrique : dans notre cas, le déplacement est imposé et la force est mesurée
- le plateau sert de support pour les échantillons à indenter ; il sera ensuite remplacé par la pièce permettant le maintien et le gonflage de la membrane.

Fluage

Durant les essais d'indentation, on observe un fluage du matériau (Fig. 5) ; c'est-à-dire que si on impose un déplacement initial, la force d'indentation ne reste pas constante mais diminue au cours du temps. Le fluage est un phénomène qui consiste en la déformation progressive d'un matériau soumis à un effort constant.

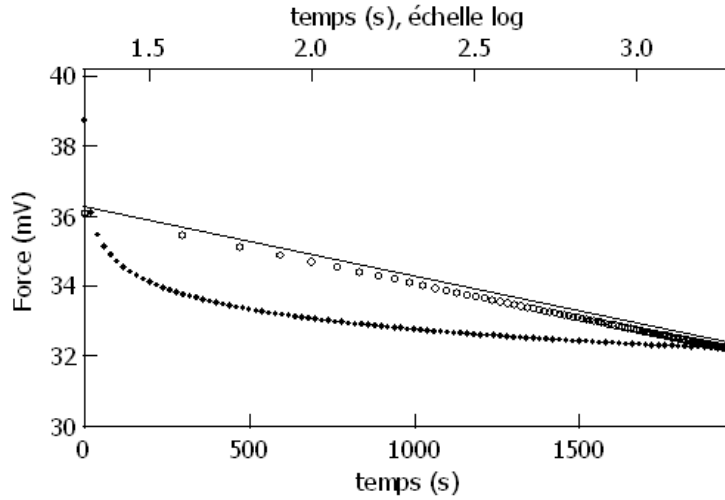


FIG. 5 – Evolution de la force en fonction du temps : fluage

Celui-ci évolue linéairement selon le logarithme du temps. Cette loi logarithmique est courante dans les phénomènes de fluage [4].

On observe qu'une fois les 200 premières secondes passées, le fluage ne fait varier la mesure que de $2mV$ (relativement à plus d'une trentaine de millivolts mesurés) sur presque 2000 secondes. Après quelques minutes, les erreurs sur les mesures sont donc largement inférieures à 10%. On a donc pris garde durant tous les essais d'attendre une stabilisation des mesures. De plus, pour atténuer ce phénomène, toutes les mesures ont été prises non pas à la charge, mais à la décharge, i.e. le déplacement maximum constitue la première mesure, les autres sont obtenues en retirant progressivement l'indenteur du matériau [1] [5].

1.3 Résultats

Dans un premier temps on vérifie que, tant qu'on est dans la limite d'un milieu infini, l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement de l'indenteur dans la matière ne dépend que d'un facteur d'échelle pour chaque taille d'indenteur. En effet, lors de l'indentation, la longueur sur laquelle la matière est déplacée est gouvernée par la taille de l'indenteur : le rayon de la bille que l'on utilise est la seule longueur caractéristique du problème.

On fait tout d'abord les essais d'indentation pour toutes les situations possibles : rayon des billes $R = 1, 3$ et 5 mm , épaisseur de mastic $h = 2, 3, 4$ et 5 mm . On obtient les résultats de la figure 6.

Comme la longueur caractéristique du problème est le rayon R de l'indenteur sphérique, on ramène les résultats à la même échelle en exprimant le déplacement relatif en rayon de bille (d/R). On peut ensuite définir la contrainte renormalisée en divisant la force par la surface caractéristique R^2 . Celle-ci sera donc $\frac{F}{R^2}$. On obtient alors la courbe adimensionnée $\frac{F}{R^2} = f\left(\frac{d}{R}\right)$ (Fig. 7). On constate que les résultats sont peu dispersés, surtout pour les petits déplacements. On peut mieux s'en rendre compte en passant l'abscisse en échelle logarithmique (Fig. 8).

Comme on s'y attendait, cette loi d'échelle est bien vérifiée tant que le rayon de la bille R et le déplacement d sont petits devant l'épaisseur h de matériau. En effet lorsque h devient comparable (ou inférieur) au déplacement ou au rayon de la bille, R n'est plus la seule longueur caractéristique pertinente du problème.

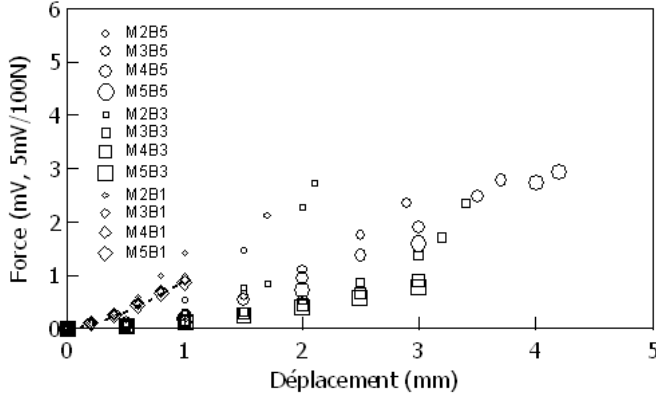


FIG. 6 – Force-déplacement sans renormalisation. Sur la légende, on a noté M'h'B'R', c'est-à-dire : l'épaisseur de mastic (en mm) est le chiffre après la lettre M, et le rayon de la bille (en mm) est celui suivant la lettre B

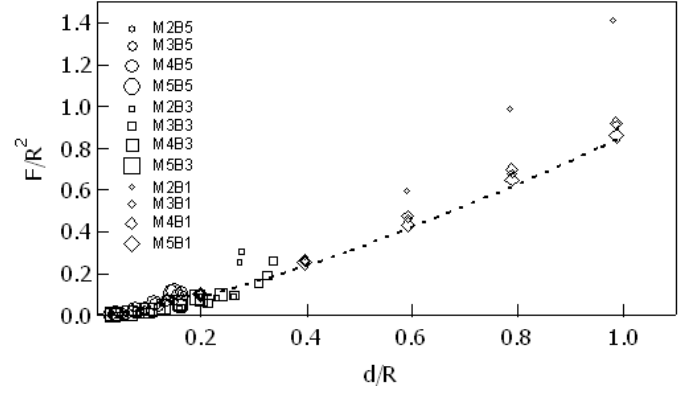


FIG. 7 – Force-déplacement renormalisé par la taille caractéristique : la taille R de l'indentateur

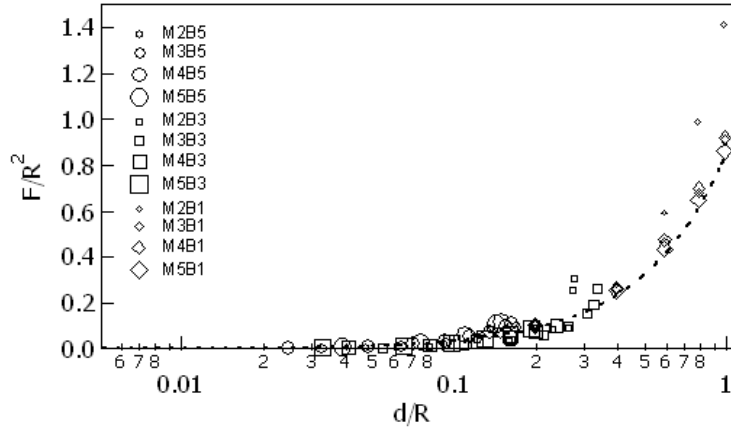


FIG. 8 – Force-déplacement renormalisé ; abscisse en échelle logarithmique

Sur les figures 6, 7 et 8, on fait apparaître en pointillés la loi de comportement de Hertz, qui correspond à l'écrasement d'une sphère sur un plan rigide dans la limite des petits déplacements. Cette loi donne l'évolution de la force comme proportionnelle au déplacement à la puissance $\frac{3}{2}$. On voit que malgré la différence entre notre situation, où c'est la bille qui est rigide et le plan qui se déforme, et celle de Hertz, cette loi est assez bien suivie tant que l'on se trouve dans la limite où l'épaisseur est bien supérieure au déplacement. Le graphe suivant illustre bien ce comportement (Fig. 9) : on a choisi des situations où l'épaisseur est supérieure au rayon.

On peut évaluer le module effectif du mastic à partir de la formule exacte de la loi de Hertz [6] :

$$F = \frac{4}{3}\sqrt{R}E^*d^{\frac{3}{2}} \text{ avec le module effectif } E^* = \frac{E}{1-\sigma^2}$$

On obtient, en prenant $\sigma = \frac{1}{2}$ et pour différents rapports $\frac{R}{h}$:

- $\frac{R}{h} = \frac{1}{3} \Rightarrow E \approx 9.1 \times 10^5 Pa$
- $\frac{R}{h} = \frac{1}{4} \Rightarrow E \approx 8.3 \times 10^5 Pa$
- $\frac{R}{h} = \frac{1}{5} \Rightarrow E \approx 7.6 \times 10^5 Pa$

On voit que quand le rapport $\frac{R}{h}$ diminue, c'est-à-dire quand on se rapproche d'une épaisseur infinie, on se rapproche de la valeur de E mesurée par compression uniaxiale. C'est ce qu'illustre la figure 10.

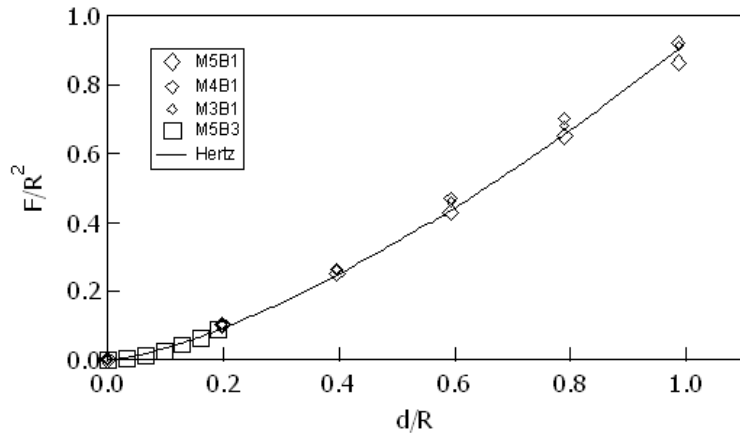


FIG. 9 – Situations ou $h > R$

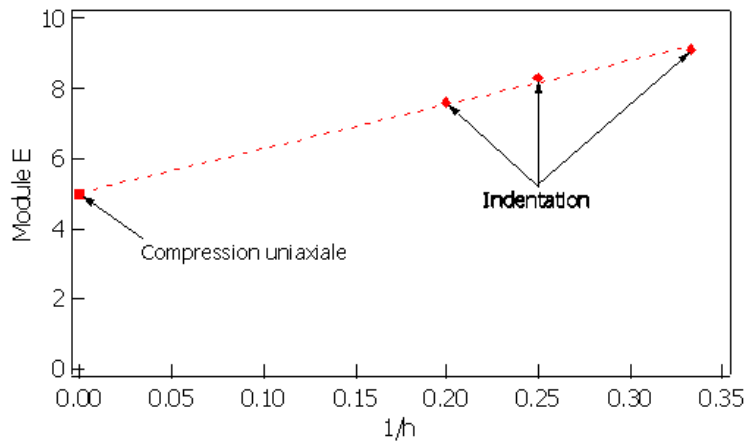


FIG. 10 – Comparaison indentation/compression

Même pour le rapport $\frac{R}{h}$ le plus faible produit ici ($\frac{1}{5}$), on n'atteint pas la limite d'épaisseur infinie.

On peut au contraire mettre en évidence la limite de ce comportement (Fig. 11).

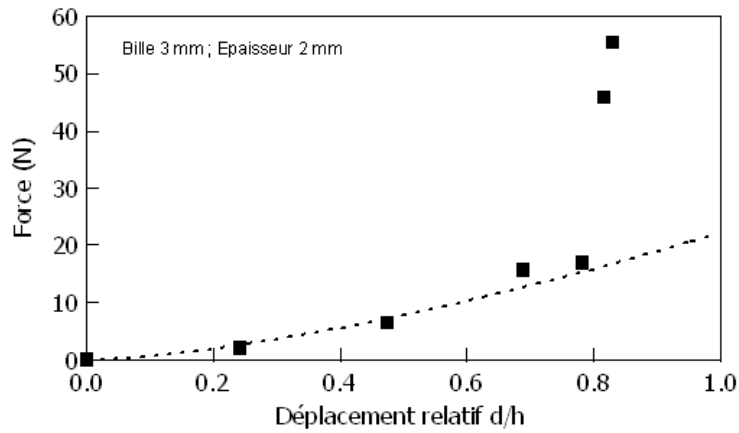


FIG. 11 – Influence de l'épaisseur

Cette fois la force est tracée est fonction du déplacement relativement à l'épaisseur.

Quand la bille approche la surface solide sur laquelle repose le mastic, la force augmente très rapidement (on "touche" le fond). On remarque que la transition se fait brutalement lorsque le déplacement vaut environ 80% de l'épaisseur.

On vérifie aussi que l'influence du glissement dans le contact est négligeable devant la force d'indentation [7]. Pour cela on compare deux essais d'indentation : l'un où le contact est sec, l'autre où le contact est lubrifié. On obtient une quasi-superposition des courbes (Fig. 12).

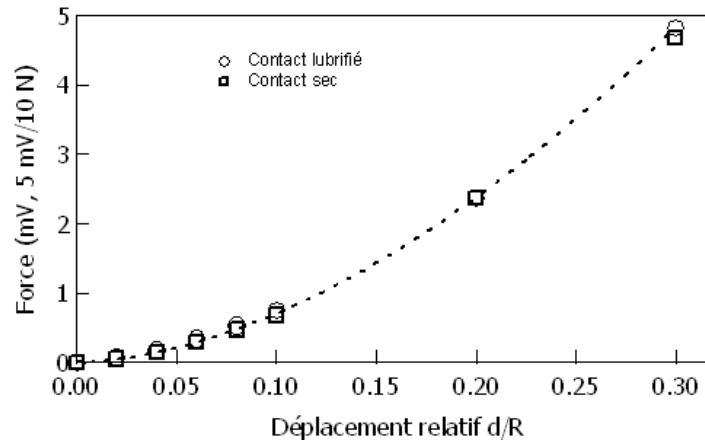


FIG. 12 – Influence des glissements

Quel que soit le déplacement, la force d'indentation semble toujours évoluer selon $(\frac{d}{R})^{\frac{3}{2}}$. Mais quand l'épaisseur est proche de la valeur du rayon de la bille, le préfacteur dépend de $\frac{h}{R}$ (Fig. 13 et 14).

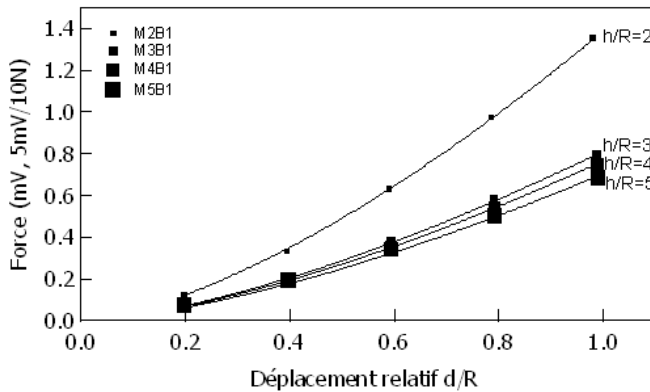


FIG. 13 – Force-déplacement relatif pour la bille de rayon 1mm sur différentes épaisseurs

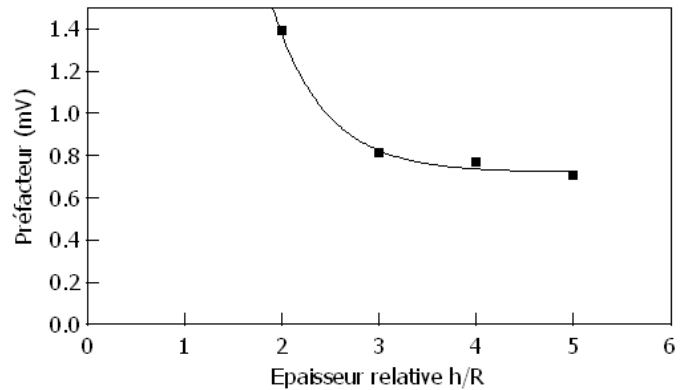


FIG. 14 – Préfacteur en fonction de l'épaisseur relative

On voit sur ces graphes que le préfacteur augmente lorsque l'épaisseur est diminuée. Ceci est un résultat qui se comprend parfaitement intuitivement ; mais il est intéressant de noter que cette transition est assez brutale. Sur la figure 14, on pourrait évaluer une valeur critique du rapport $\frac{h}{R}$, entre 2 et 3, pour laquelle la présence d'un fond solide est très bien ressentie.

2 Membrane sphérique initialement tendue

2.1 Présentation

On va maintenant s'intéresser aux propriétés mécaniques d'une membrane

Le dispositif permettant le travail sur les membranes consiste en un réservoir cylindrique étanche et rempli d'eau. Le fond de ce récipient est fermé par une vitre permettant l'observation ou l'éclairage de la membrane (vue en coupe : 3D Fig. 15, 2D Fig.16).

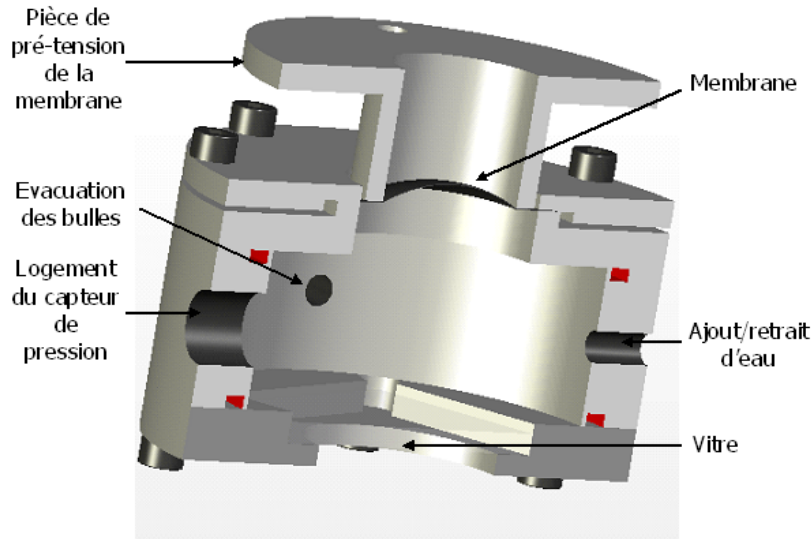


FIG. 15 – Schéma du dispositif

Le dessus est fermé par la membrane qui est pincée par un anneau se vissant sur le cylindre. Le volume d'eau peut être changé via un tuyau reliant l'intérieur du réservoir à une seringue remplie d'eau. Un capteur permet la mesure de la pression à l'intérieur du système (le conditionneur de ce capteur limite la précision à $1hPa$). Un trou relié à une vanne permet l'évacuation des bulles d'air restantes après la mise en place de la membrane. Pour éviter l'apparition de bulles, l'eau est dégazée dans une cloche à vide. De même, si de l'air arrive à passer par perméabilité à travers la membrane, le dégazage préalable de l'eau permettra l'absorption de ces bulles.

La tension initiale T_0 de la membrane peut être changée en déplaçant verticalement un anneau qui vient appuyer sur le tour extérieur de la membrane. Le diamètre de la membrane à l'endroit où elle est tendue est $3cm$. Dans cette partie de l'étude, la membrane est en latex ; elle est tirée d'un gant de protection.

De même que pour les essais d'indentation, on peut venir appuyer au centre de la membrane avec des sphères de différents diamètres ($2, 6$ et $10mm$) et mesurer la force résultante. Un appareil photo, incliné de 45° , permet d'imager la déformation de la membrane, qui est éclairée par un plan de lumière par le dessous (Fig. 17 et 18).

Cette observation nous permet d'obtenir directement un résultat : lorsqu'elle est gonflée, la membrane adopte la forme d'une calotte sphérique. C'est un résultat qu'on pouvait attendre en considérant les dimensions de la membrane et la longueur capillaire. Rappelons que cette longueur est définie par :

$$l_c = \sqrt{\frac{T_0}{\rho g}}$$

où T_0 est la tension de surface, ρ la masse volumique du fluide considéré et g l'accélération de

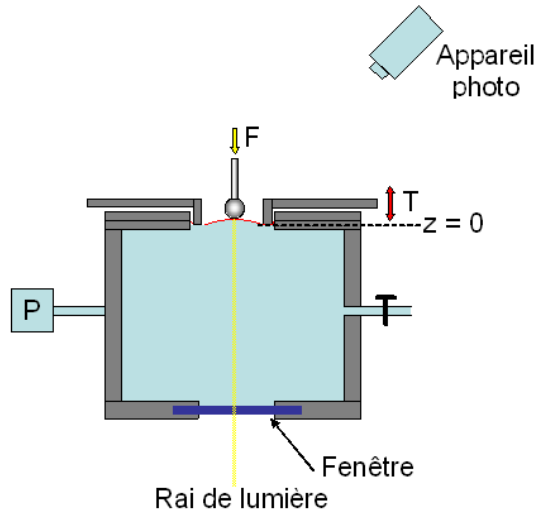


FIG. 16 – Coupe du dispositif

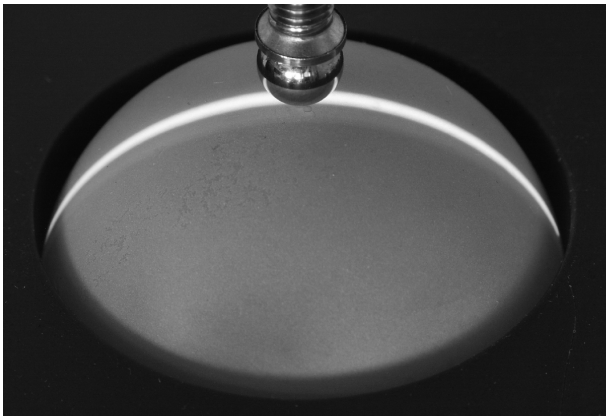


FIG. 17 – Rai de lumière sur la membrane

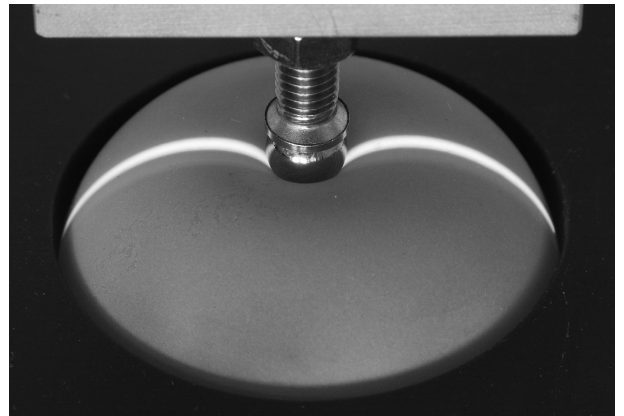


FIG. 18 – Déformation lors de l'indentation

pesanteur. Elle compare les effets de gravité à la tension de surface. On pourra évaluer aisément cette valeur une fois que l'on aura extrait des résultats la tension initiale de la membrane.

2.2 Caractérisation de la membrane par traction uniaxiale

Un moyen simple de caractériser la membrane est la mesure de l'étirement pour une force donnée (Fig. 19).

On peut écrire la relation liant la contrainte linéique σ_l à l'allongement relatif $\frac{\Delta L}{L}$:

$$\sigma_l = B \frac{\Delta L}{L}$$

où B est le module d'étirement.

Les mesures effectuées sont sur la figure 20. le coefficient a donnant la pente de la droite est obtenue en mètres par gramme. Pour obtenir B, on ramène d'abord la valeur du coefficient en unité S.I : $a \approx 9 \times 10^{-5} m.g^{-1} \Leftrightarrow 9 \times 10^{-2} m.kg^{-1}$.

Remarque : *Seuls les ordres de grandeur nous intéressent ; on se passera donc des calculs d'erreurs et les valeurs seront largement arrondies.* Le module d'étirement est alors donné par :

$$B = \frac{g}{a} = \frac{10}{9 \times 10^{-2}} \approx 100 N/m$$

avec l'accélération de la pesanteur g prise égale à $10 N/kg$

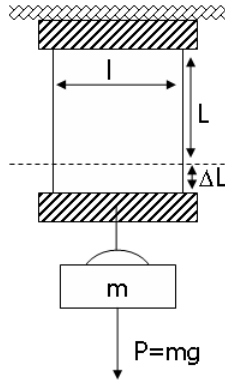


FIG. 19 – Schéma de l'essai de traction. La membrane est suspendue par une extrémité. La force est imposée en accrochant des masses à l'autre extrémité. Les mesures de largeur et d'allongement sont faites dans la partie centrale de la membrane afin d'avoir des conditions de bords libres (ce qui n'est pas le cas à proximité de l'encastrement).

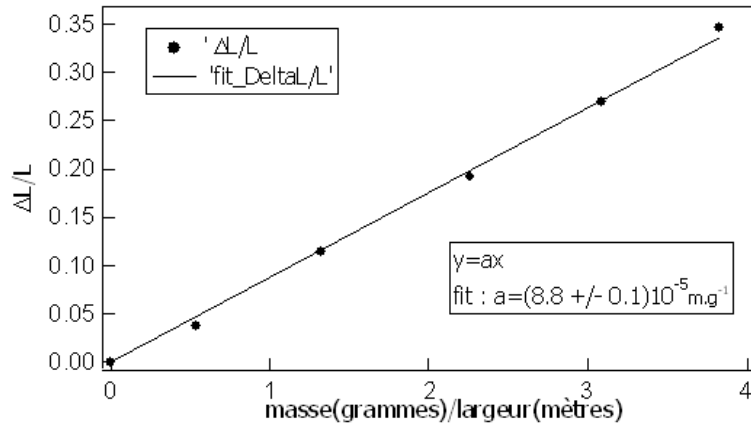


FIG. 20 – Contraintes en fonction du déplacement relatif

A partir de cette valeur, on peut aussi évaluer un ordre de grandeur de l'épaisseur de la membrane. En effet, on a $B \approx E.e$, où E est le module d'Young du matériau et e son épaisseur. La littérature donne un module d'Young pour le latex de l'ordre de $10^6 Pa$. On peut donc évaluer e :

$$e \approx \frac{B}{E} \approx 5 \times 10^{-5} \text{ soit } 50 \text{ microns.}$$

2.3 Evolution de la pression en fonction du rayon de courbure de la membrane

Pour calculer la courbure C de la membrane, du fait de sa forme sphérique, il suffit de connaître le rayon a de la membrane lorsqu'elle est plane (c'est donc une constante) et son élévation h par rapport au plan initial $z = 0$ (plan de blocage des bords de la membrane) (Fig. 21). Cette élévation est obtenue en amenant l'indenteur relié au capteur de force au contact avec le sommet de la calotte sphérique.

Une fois ces paramètres connus, il suffit d'appliquer le théorème de Pythagore :

$$\begin{aligned} R^2 &= (R - h)^2 + a^2 \\ \Leftrightarrow R^2 &= R^2 - 2Rh + h^2 + a^2 \\ \Leftrightarrow R &= \frac{a^2 + h^2}{2h} \end{aligned}$$

$$\Leftrightarrow C = \frac{1}{R} = \frac{2h}{a^2 + h^2}$$

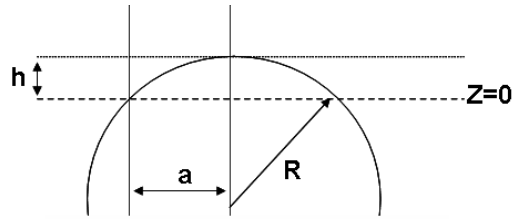


FIG. 21 – Calcul de la courbure

Maintenant que l'on a calculé la courbure, on peut tracer la différence de pression ΔP entre l'intérieur du réservoir et l'extérieur en fonction des différentes courbures et pour trois tensions initiales différentes ; on pourra ainsi remonter à l'équivalent de la loi de Laplace.

Les tensions initiales sont obtenues en déplaçant verticalement la pièce prévue à cet effet (ce déplacement est noté D). Sur la figure suivante (Fig. 22), les tensions initiales sont obtenues pour les déplacements $D = 2, 4$ et 6mm .

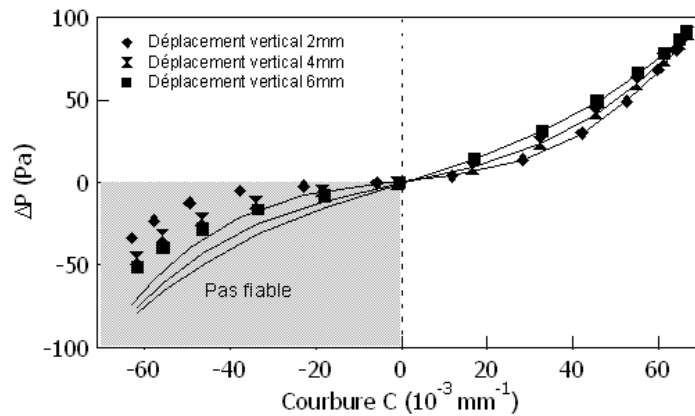


FIG. 22 – ΔP en fonction de la courbure. La zone grisée correspond au lieu où l'encastrement de la membrane est mal défini

On remarque immédiatement la quasi-symétrie des courbes par rapport à 0. La situation est effectivement symétrique par rapport à la position initiale plane de la membrane : la variation de pression doit être opposée selon que l'on a un rayon de courbure positif ou négatif. On s'attend donc à ce que la fonction donnant la différence de pression ΔP en fonction de la courbure C soit une fonction impaire.

Toutefois la symétrie n'est pas parfaite et la zone grisée ne peut pas être exploitée : ceci vient du fait que lorsque l'on donne à la membrane une courbure négative, on la décolle des bords de la pièce de préention. On perd donc l'information sur le rayon de la base de la calotte sphérique (Fig. 23).

On va maintenant définir la fonction à laquelle correspondent ces données. Dans le cas d'une interface sphérique entre deux milieux, la relation de Laplace est :

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{R} = 2\gamma C$$

où γ représente la tension de surface. C'est à cette tension de surface qu'il faut donner un équivalent élastique qu'on notera T . On va décomposer cette force en deux termes : l'un correspond

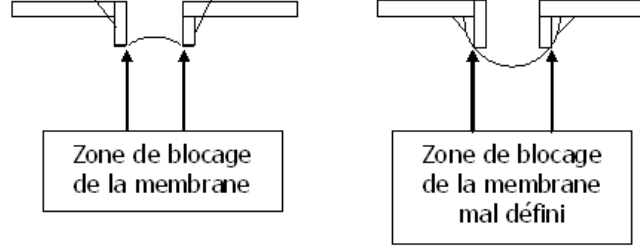


FIG. 23 – Zone de blocage

à la tension initiale de la membrane, et l'autre provient de l'étirement de la membrane lorsqu'elle est gonflée : ¹

$$T = T_0 + B \frac{\delta l}{l}$$

avec B le module d'étirement. Comme $S \approx l^2$, on peut réécrire T :

$$T = T_0 + \frac{B}{2} \frac{\delta S}{S}$$

ou encore

$$T = T_0 + \alpha BC^2, \text{ car } S \approx R^2.$$

On obtient finalement l'expression de la différence de pression en remplaçant γ par T dans la relation de Laplace :

$$\Delta P = 2TC = 2T_0C + \alpha BC^3$$

Comme attendu, cette fonction est impaire. On pourra extraire la tension initiale de la partie linéaire de cette fonction, et tirer des informations sur son module d'étirement à travers la partie cubique à condition de déterminer son préfacteur α . Pour cela on va interpoler la partie fiable des résultats obtenus (Fig. 24).

Pour l'interpolation, il a été nécessaire de prendre en compte une éventuelle erreur h_0 sur la définition du plan $z = 0$. Cette correction est essentielle car la symétrie des résultats en dépend et on ne dispose pas de moyen pour garantir expérimentalement que cette référence soit bien définie et que la membrane soit parfaitement plane dans ce plan. La fonction utilisée a donc la forme :

$$\Delta P(h) = T_0 \frac{2(h-h_0)}{a^2+(h-h_0)^2} + \alpha B \left(\frac{2(h-h_0)}{a^2+(h-h_0)^2} \right)^3$$

Les coefficients T_0 et B obtenus à partir de ces courbes sont tracés en fonction des déplacements verticaux de la pièce de pré-tension (Fig. 25).

Tension initiale

Comme on s'y attendait, le terme linéaire augmente avec la tension initiale (Fig. 26).

On peut tirer de ces résultats la valeur de la tension initiale en N/m pour chaque valeur du déplacement D et lui associer une longueur capillaire :

¹rappelons que si E est le module d'Young du matériau, e son épaisseur, B son module d'étirement (ou compression) et K son module de courbure, on a $B \approx Ee$ et $K \approx Ee^3$ et donc pour une membrane où e est très faible, le terme de courbure est négligeable

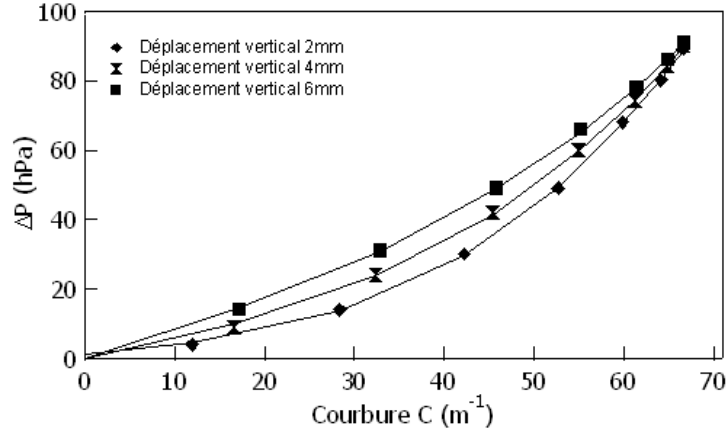


FIG. 24 – ΔP en fonction de la courbure

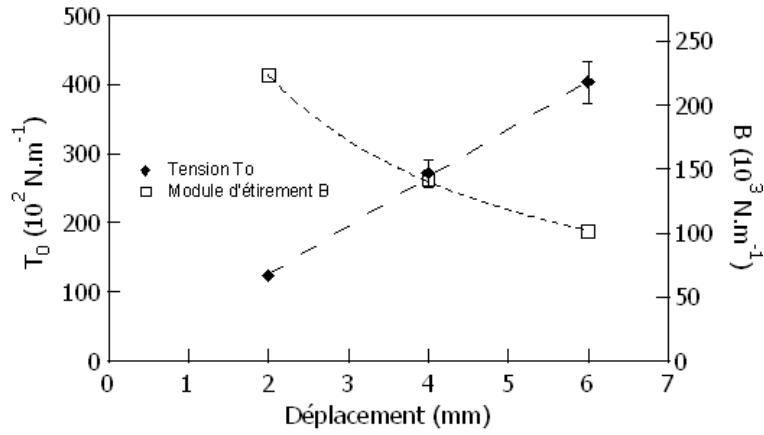


FIG. 25 – Evolution de la tension initiale T_0 et du module B

- $D = 2mm \Rightarrow T_0 = (12 \pm 2)N.m^{-1}$ et $l_c \approx 4cm$
- $D = 4mm \Rightarrow T_0 = (27 \pm 3)N.m^{-1}$ et $l_c \approx 5cm$
- $D = 6mm \Rightarrow T_0 = (40 \pm 4)N.m^{-1}$ et $l_c \approx 6cm$

Dans chacun des cas la longueur capillaire est effectivement supérieure à la taille de la membrane (qui a un rayon à plat de 15mm); on est donc bien dans la situation où la tension "de surface" domine les effets dus à la gravité.

On peut aussi estimer ces tensions initiales d'une autre façon : si on suppose que lorsque la pièce de pré-tension de la membrane est descendue d'une distance D , la membrane subit une variation de surface $\delta S = 2\pi aD$, alors la tension résultante est donnée par :

$$T_0 = B \frac{1}{2} \frac{\delta S}{S} = B \frac{\pi a D}{\pi a^2} = \frac{100}{15} D,$$

ce qui donne en prenant la valeur de B estimée en traction uniaxiale ($100N/m$) : $T_0 \approx 40, 27$ et $13 N/m$ respectivement pour les déplacements $D = 6, 4$ et $2 mm$.

On arrive donc finalement à un très bon accord entre nos résultats.

Module B

La décroissance du module B n'était en revanche pas prévue ; on peut en fait l'expliquer assez facilement par la variation de l'épaisseur de la membrane lorsqu'elle est tendue.

En effet comme on l'a déjà rappelé, le module B dépend implicitement de l'épaisseur e de l'échantillon.

On peut montrer que l'épaisseur varie de manière non négligeable lorsque la membrane est pré-tendue :

$$\text{Incompressibilité : } \Delta V = 0 \Leftrightarrow S\Delta e = e\Delta S \Leftrightarrow \frac{\Delta e}{e} = \frac{\Delta S}{S} \Leftrightarrow \frac{2\pi a D}{\pi a^2} \Leftrightarrow \frac{2D}{a},$$

ce qui fait une variation relative $\frac{\Delta e}{e} = \frac{4}{5}$ pour la pré-tension correspondante à un déplacement vertical $D = 6mm$. En ordre de grandeur, ce résultat est cohérent avec l'observation expérimentale.

On peut, suivant le même raisonnement, évaluer l'évolution de B en fonction de D :

$$B = Ee = E\frac{V}{S} = E\frac{e_0 S_0}{S} = B_0 \frac{\pi a^2}{\pi a^2 + 2\pi a D}$$

$$\Rightarrow \boxed{B = \frac{B_0}{1 + \left(\frac{2D}{a}\right)}}$$

C'est cette fonction qui apparaît en pointillé sur la figure 25 : elle est en bon accord avec les résultats.

2.4 Indentation de la membrane

Les expériences d'indentation sur la membrane ont principalement été effectuées avec une bille de rayon $1mm$. On est ainsi dans une situation où la taille de l'indenteur est faible devant les dimensions de la membrane (le rayon de la membrane lorsqu'elle est plane est de $15mm$).

Contrairement à ce que l'on avait observé lors de l'indentation sur le mastic, le fluage est imperceptible dans cette configuration. On conserve néanmoins le protocole consistant à prendre la première mesure pour le déplacement maximum. On fait varier les paramètres suivants : courbure C et tension initiale T_0 (à plat) de la membrane (Fig. 26).

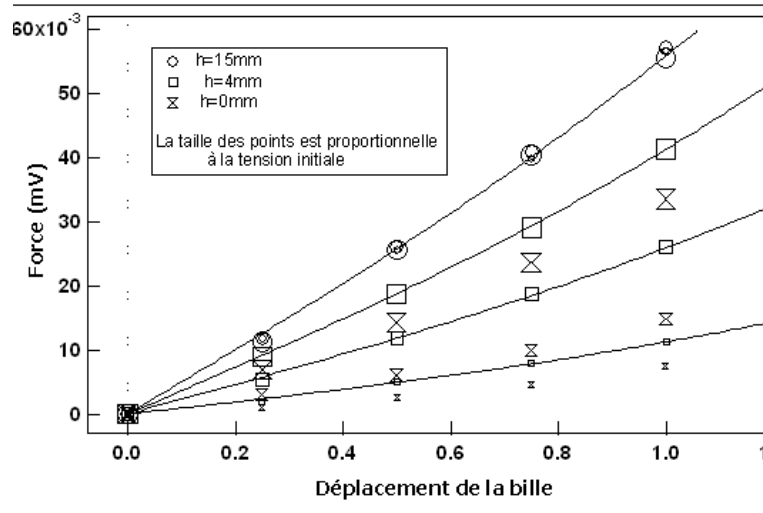


FIG. 26 – Force-Déplacement

De ces résultats on extrait un coefficient de raideur k de la membrane, qui dépend de la courbure et de la tension initiale (Fig. 27).

On remarque immédiatement que dans le cas particulier d'une membrane hémisphérique, la force d'indentation est indépendante de la tension initiale : ce résultat pourrait permettre de calculer le module d'étirement B d'une membrane en s'affranchissant de sa tension initiale.

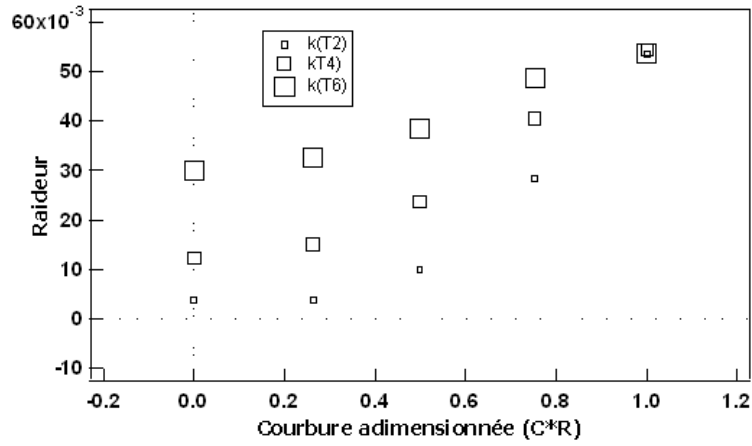


FIG. 27 – Raideur en fonction de la courbure relative

Evolution du profil de la membrane

Le dispositif optique mis en place permet le suivi de l'évolution de la forme de la membrane durant l'indentation. On obtient des photos exploitables (Fig. 17 et 18) ; en écrivant une routine permettant de repérer les coordonnées de la ligne brillante, on peut extraire les profils de la membrane (Fig. 28). Cette étude n'a pas été menée systématiquement. On peut néanmoins en tirer quelques informations.

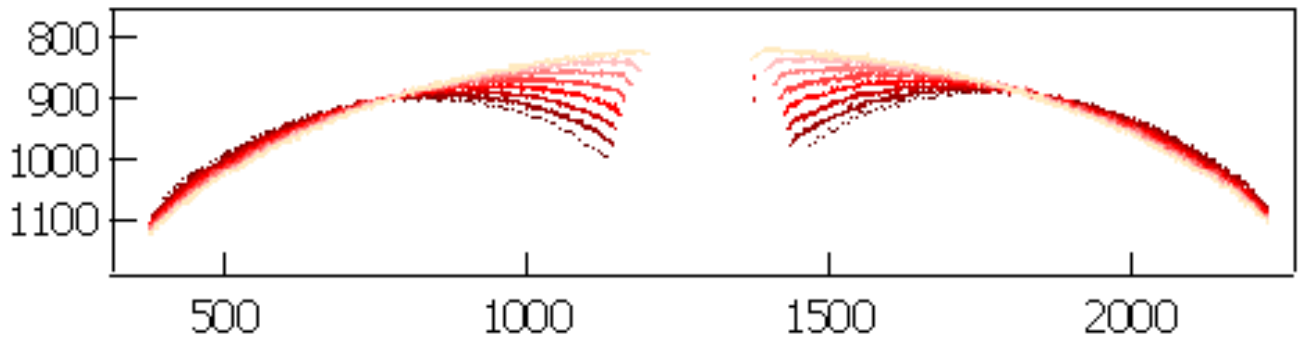


FIG. 28 – Profils de la membrane pour l'enfoncement d'une bille de diamètre 6mm de 0 à 7mm par pas de 1mm (les axes représentés des pixels). Ici la membrane est gonflée à une hauteur de 10mm

Sur cette figure, on voit que la conservation du volume impose à la membrane de s'élargir sur les bords lorsqu'elle est écrasée.

Lors de l'écrasement, la membrane se gonfle autour de l'indenteur. A partir de ces profils, on peut suivre la position de ce maximum par rapport au centre de la calotte en fonction de l'enfoncement de l'indenteur (Fig 29).

Cette étude n'ayant pas été suivie systématiquement, le nombre de données ne permet pas un traitement complet. Toutefois on voit que l'évolution du maximum ne semble pas dépendre de la taille de l'indenteur tant que celle-ci est suffisamment faible devant le rayon de la membrane. Cette évolution suit une loi exponentielle : $D = A(1 - \exp^{-\alpha d})$ avec D la distance au centre et d l'enfoncement de la bille.

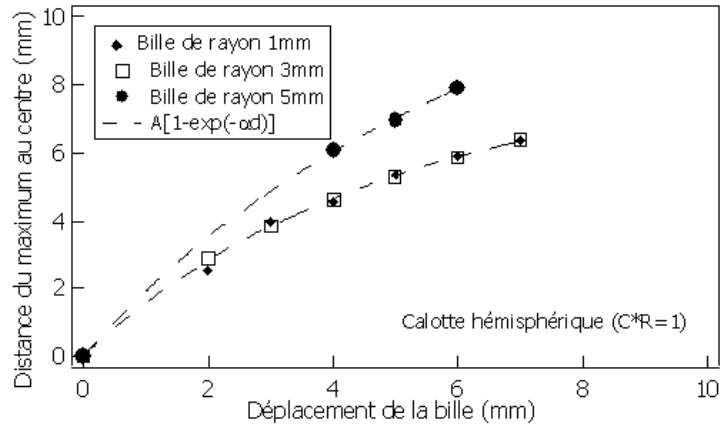


FIG. 29 – Evolution du maximum

3 Instabilités mécaniques

3.1 Le flambage

Afin d'illustrer les instabilités et la formation de plis, il est intéressant de rappeler le mécanisme de flambage d'une plaque (Fig. 30).

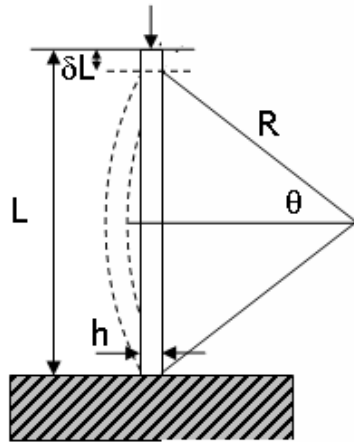


FIG. 30 – Schéma du flambage d'une plaque

Considérons une plaque de longueur L , de largeur l et d'épaisseur h . Si on lui impose un écrasement δL , la plaque sera comprimée, sauf s'il lui est énergétiquement favorable de se courber : c'est le flambage. On a donc une compétition entre l'énergie de compression et l'énergie de courbure de la plaque. On peut estimer, toujours à partir de considérations énergétiques, le seuil de flambage δL_c en fonction des dimensions de la plaque.

Exprimons les énergies surfaciques mises en jeu :

– Energie de compression : $\epsilon_B = \frac{1}{2} B \left(\frac{\delta}{L} \right)^2$

– Energie de courbure : $\epsilon_K = \frac{1}{2} K C^2$, avec $C = \frac{1}{R}$ la courbure de la plaque

Rappelons que les modules de compression B et de courbure K sont respectivement proportionnels à Eh^3 et Eh .

Si la plaque fléchie, on aura : $2R\theta = L \Leftrightarrow \theta = \frac{L}{2R}$

Et on a aussi la relation : $2R\sin\theta = L - \delta L$, et si on développe le sinus : $\sin\theta \approx \theta - \frac{\theta^3}{6}$, on obtient en soustrayant les deux expressions dépendantes de θ :

$$\delta L = R\frac{\theta^3}{3} \Leftrightarrow \delta L = \frac{L^3}{24R^2} \Leftrightarrow C^2 = \frac{24\delta}{L^3}$$

Finalement, le flambage se produit lorsqu'il est moins coûteux en énergie pour la plaque de fléchir :

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}B\left(\frac{\delta L_c}{L}\right)^2 &> \frac{1}{2}KC^2 \\ \Leftrightarrow Eh\frac{\delta L_c^2}{L^2} &> Eh^3\frac{24\delta L_c}{L^3} \\ \Rightarrow \boxed{\delta L_c \cdot L} &> h^2 \end{aligned}$$

Pour un objet dont l'épaisseur est comparable à la hauteur, le flambage est impossible : il faudrait l'écraser sur toute sa hauteur. En revanche pour une plaque dont l'épaisseur est très faible, le flambage est immédiat.

3.2 Formation de plis

La formation de plis par indentation ne peut se faire que si la membrane possède naturellement la forme d'une calotte sphérique en étant peu tendue. Pour cela elle doit être préalablement déformée plastiquement. Cela nécessite de trouver un matériau qui soit facilement modelable et suffisamment élastique. Pour cette première approche des instabilités, le matériau utilisé est du film plastique alimentaire.

Le protocole pour donner une courbure au film est le suivant : on le monte tout d'abord sur le dispositif de maintien des membranes. En augmentant le volume, on lui donne une certaine courbure. On observe alors que la pression à l'intérieur du dispositif, qui a augmenté quand le volume a été changé, diminue au cours du temps du fait de la déformation plastique du film. On améliore cette relaxation en chauffant le film à l'aide d'un sèche-cheveux. On remarque que le film, du fait de sa limite plastique, ne relaxe pas complètement. En effet la pression interne au système reste supérieure à la pression atmosphérique, même après un long temps de relaxation.

Pour être sûr que l'on est bien dans le cas où la membrane est assez détendue (mais conserve sa forme sphérique), on diminue légèrement le volume jusqu'à la limite où la membrane commence à plisser. On mesure alors la courbure en ce point. On procède ainsi pour plusieurs courbures et pour différentes tailles de billes.

Cependant le dispositif actuel ne permet pas un contrôle du volume et de la pression suffisamment précis : on se retrouve souvent avec une membrane légèrement prétendue, ce qui empêche la formation des plis.

De plus il s'avère que le matériau choisi, le film plastique, présente un inconvénient majeur : il flue à température ambiante. Les plis sont donc résorbés assez rapidement par fluage du matériau.

Le dispositif optique est tel que l'éclairage est fait par le dessous et l'appareil photo est fixé sur le banc optique au dessus du montage (Fig. 31).

La membrane est éclairée en lumière blanche. Le diffuseur permet un éclairage uniforme ce qui améliore le contraste (un éclairage parallèle ne donne pas une bonne image des plis). L'indenteur est vissé dans une plaque de plexiglas, ce qui permet de prendre les photos par le dessus. Cette plaque est montée sur deux platines montées l'une sur l'autre permettant d'une part un centrage précis de l'indenteur et d'autre part le déplacement vertical.

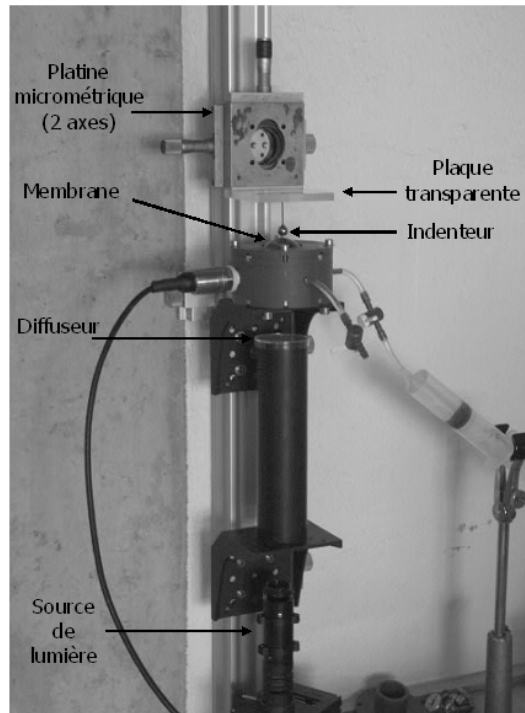


FIG. 31 –

3.3 Résultats

Au final, et malgré les inconvénient dans le choix du matériau, on peut obtenir quelques images de la formation de plis (Fig. 32, 33, 34). Sur les photos suivantes, on a enfoncé la bille de diamètre $6mm$ d'une distance 1, 2, et $3mm$ de gauche à droite. Pour toutes les photos, la courbure relative $C \times R$ vaut 0.88, i.e. presque une demi-sphère.

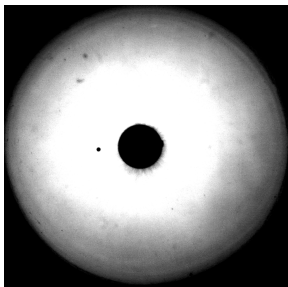


FIG. 32 – $d = 1mm$

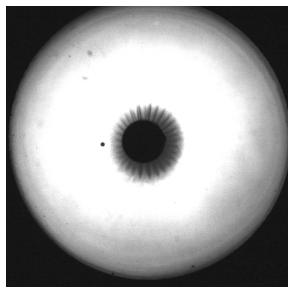


FIG. 33 – $d = 2mm$

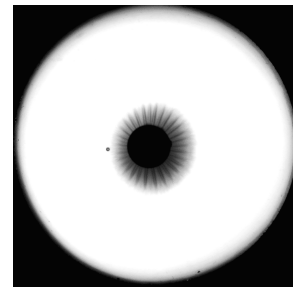


FIG. 34 – $d = 3mm$

La zone où des plis apparaissent est la zone où la membrane subit une compression orthoradiale. On voit, surtout sur la figure 34, que le nombre de plis ainsi que l'évolution de leur longueur est facilement accessible. En revanche cette disposition optique ne permet pas de mesurer l'amplitude des plis.

A titre d'illustration, les figures 35 et 36 sont obtenues pour d'autres tailles d'indenteurs.

Sur la figure 35, la forme hexagonale est le contre-écrou servant à fixer l'indenteur sur la plaque de plexiglas. On voit, notamment sur la figure 36, que l'apparition des plis peut être masquée par la bille; mais on a vu lors de l'étude des profils d'une membrane tendue, que la bille de $10mm$ de diamètre est trop large par rapport à la taille de la membrane et ne peut pas être utilisée pertinemment.

Ces photos sont les premières obtenues dans le but d'étudier les plis. Elles sont là à titre d'exemple. L'étude systématique de ces instabilités sera poursuivie à l'issu de ce stage.

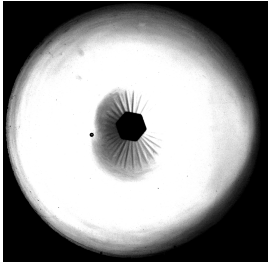


FIG. 35 – Diamètre $2mm$; $d = 3mm$

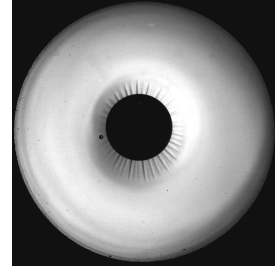


FIG. 36 – Diamètre $10mm$; $d = 2mm$

Conclusion et Perspectives

Les expériences d'indentation ont été assez concluantes quant à la possibilité de caractériser des couches plus fines que l'indenteur. Mais cette étude n'étant pas dans l'objectif direct du stage, elle a été interrompue quand le matériel nécessaire à l'étude des membranes était disponible.

On a pu, partant de l'équivalent de la relation de Laplace, définir l'état de tension initiale d'une membrane. De la même manière, on pourra connaître le module B d'une membrane si on arrive à donner une valeur à son préfacteur. Une étude numérique est en cours pour le déterminer.

L'indentation sur la membrane devrait permettre aussi d'avoir accès aux valeurs de pré-tension et du module élastique. On a vu que l'on peut même s'affranchir du terme de tension initiale en donnant à la membrane une forme hémisphérique.

Le montage permettant l'observation de la formation des plis a été mis en place mais l'arrivée à terme du stage n'a pas permis l'étude systématique.

Enfin, une fois que les résultats sur l'indentation d'une membrane pré-déformée seront obtenus, il seront comparés à des résultats obtenus à une échelle micrométrique.

Références

- [1] G.M. Pharr, A. Bolshakov, *Understanding nanoindentation unloading curves*, J. Mater. Res., Vol. 17, No. 10, Oct 2002.
- [2] F. Yang, *Axisymmetric indentation of an incompressible elastic thin film*, J. Phys. D :Appl. Phys. **36** (2003) 50-55.
- [3] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, June 1992.
- [4] P. Oswald, *Rhéophysique, ou comment coule la matière*, (Belin, 2005).
- [5] G.M. Pharr, W.C. Oliver, F.R. Brotzen, *On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation*, J. Mater. Res., Vol. 7, No. 3, Mar 1992.
- [6] L.D. Landau, E.M. Lifchitz, *Theory of Elasticity*, (Pergamon, New York, 1959).
- [7] C. Fond, *Prise en compte de la tension de surface en nano-indentation de matériaux souples*, (17^{eme} Congrès Français de Mécanique, Troyes, Septembre 2005).